

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭62-226413

⑬ Int.Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 昭和62年(1987)10月5日

G 11 B 5/66
5/706

7350-5D
7350-5D

審査請求 未請求 発明の数 2 (全5頁)

⑮ 発明の名称 磁性体膜およびその製造法

⑯ 特 願 昭61-67269

⑰ 出 願 昭61(1986)3月27日

⑱ 発 明 者 小 林 俊 雄 国分寺市東恋ヶ窪1丁目280番地 株式会社日立製作所中央研究所内

⑲ 発 明 者 大 友 茂 一 国分寺市東恋ヶ窪1丁目280番地 株式会社日立製作所中央研究所内

⑳ 発 明 者 熊 坂 登 行 国分寺市東恋ヶ窪1丁目280番地 株式会社日立製作所中央研究所内

㉑ 出 願 人 株式会社日立製作所 東京都千代田区神田駿河台4丁目6番地

㉒ 代 理 人 弁理士 中村 純之助

明 細 書

1. 発明の名称

磁性体膜およびその製造法

2. 特許請求の範囲

1. 磁気ヘッドの磁極を構成する磁性体膜において、上記磁性体膜は、Fe、Co、Niのうちより選ばれる少なくとも1種の元素からなる金属または合金、もしくはFe、Ni、Coのうちより選ばれる少なくとも1種の元素を主成分とする合金からなり、上記磁性体膜を形成する柱状結晶粒の柱状径は微細であって、上記磁性体膜の飽和磁束密度は15kG以上有し、かつ上記磁性体膜の内部歪は僅少で、上記磁性体膜の比透磁率が1000以上有することを特徴とする単層もしくは積層構造の磁性体膜。

2. 磁性体膜は、Fe、Co、Ni、Fe-Si、Fe-Ge、Fe-C、Fe-Ti、Fe-Ni、Co-Si、Co-Ge、Co-C、Co-Ti、Co-Ni、Co-Fe、Ni-Si、Ni-Ge、Ni-C、Ni

-Tiのうちより選ばれる少なくとも1種の金属または合金からなることを特徴とする特許請求の範囲第1項に記載の磁性体膜。

3. 磁性体膜は、純鉄、Fe-6wt(重量)%Si、Fe-7wt%Ge、Fe-5wt%C、Fe-5wt%Ti、Ni-19wt%Feのうちより選ばれる少なくとも1種の金属または合金からなることを特徴とする特許請求の範囲第1項に記載の磁性体膜。

4. 磁性体膜を形成する柱状結晶粒の柱状径が50nm以下であることを特徴とする特許請求の範囲第1項ないし第3項のいずれか1項に記載の磁性体膜。

5. 磁気ヘッドの磁極を形成する磁性体膜の製造方法において、低い基板温度で、イオン照射を行ないながら物理蒸着法によって磁性体膜を形成し、ついで上記磁性体膜を加熱処理することによって磁性体膜の内部歪を除去し、上記磁性体膜の飽和磁束密度が15kG以上で、比透磁率が1000以上有する単層もしくは積層構造の磁性

体膜を形成させることを特徴とする磁性体膜の製造法。

6. 基板温度を100℃以下に保ち、イオン電力密度を10~100 mW/cm²の範囲に調整してイオン照射を行ないながら物理蒸着法によって磁性体膜を形成し、ついで上記磁性体膜を200~500℃の温度で加熱処理を行なうことを特徴とする特許請求の範囲第5項に記載の磁性体膜の製造法。
7. イオン照射しながら行なう物理蒸着法は、イオンビームスパッタリング法であることを特徴とする特許請求の範囲第5項または第6項に記載の磁性体膜の製造法。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は磁気ヘッドを構成するコアの磁極用材料に係り、更に詳しくは高密度磁気記録に好適で優れた性能を発揮する磁気ヘッドコアの磁極用磁性体膜およびその製造法に関する。

〔従来の技術〕

従来、磁気記録用磁気ヘッドを構成するコアの

磁性体膜を形成することは極めて困難であった。

〔発明が解決しようとする問題点〕

従来技術においては、高周波スパッタリング法あるいはマグネトロンスパッタリング法などが、磁気ヘッドコアの磁性体膜の形成手段として広く使われており、この方法で形成した磁性体膜は、かなり飽和磁束密度の高いものが得られるが、比透磁率が低い値を示すので高密度記録用の磁気ヘッドとしては使用できないという問題があった。

本発明の目的は、上述した従来技術の問題点を解消し、高飽和磁束密度をもち、かつ高比透磁率を示す磁性体膜およびその製造法を提供するものであり、さらには高保磁力の高密度磁気記録用の媒体に対して優れた記録再生特性を示す垂直もしくは面内記録用磁気ヘッドの磁極に好適な磁性体膜およびその製造法を提供することにある。

〔問題を解決するための手段〕

本発明は、磁気ヘッドを構成するコアの磁性体膜を形成するにあたって、イオンを約10~100 mW/cm²のイオン電力密度で照射しながら、約100℃

磁極用材料としてはFe、Co、Niを主成分とする合金が使用され、飽和磁束密度10kG以上、またFe-Si系合金では18kG以上の飽和磁束密度をもち、高密度記録用の磁気ヘッドの磁極材料として開発が進められている（特開昭59-182938号公報）。高密度記録のためには急峻な分布をなす垂直成分磁界を得るため、磁気ヘッドのコアの主磁極の先端部の厚さは0.5μm以下にする必要がある。この部分では磁束密度が高くなるので、高飽和磁束密度でかつ高透磁率の磁性薄膜が必要となる。しかし、主磁極の膜厚が薄いために磁気飽和が生じるので0.5μm以下の膜厚のためには15kG以上の高飽和磁束密度と1000以上の高比透磁率が必要とされている。

従来、磁性体膜は、高周波スパッタリング法等で形成されており、磁性体膜の磁気特性はFeを主成分とした材料を用いる場合は15kG以上の高飽和磁束密度を有していた。しかしながら、その比透磁率は700以下と低い値を示しており、高飽和磁束密度、高比透磁率の両特性を兼ね備えた磁

以下の低い基板温度で物理蒸着法によって、柱状結晶粒の柱状径が約50nm以下という微細結晶組織を有する磁性体膜の形成を行なった後、さらに約200~500℃の温度で加熱処理を行なうことにより、形成した微細柱状結晶粒からなる磁性体膜の内部歪を除去し、飽和磁束密度が約15kG以上で、比透磁率が約1000以上の単層もしくは積層構造の磁性体膜を得ることを骨子とするものである。

本発明の磁性体膜を形成させる手段としては、イオン照射を行ないながら成膜できる物理蒸着法であればよく、その代表的な例としてイオンビームスパッタリング法を挙げることができるが、イオン照射しながら磁性体膜の形成を行なう真空蒸着法であってもよい。

本発明の磁性体膜を構成する材料は、Fe、Co、Niのうちより選ばれる少なくとも1種の元素を含む金属または合金を用いることができ、例えばFe、Co、Ni、Fe-Si、Fe-Ge、Fe-C、Fe-Ti、Fe-Ni、Co-Si、Co-Ge、Co-C、Co-Ti、Co-Ni、Co-Fe、Ni-Si、

Ni-Ge、Ni-C、Ni-Tiなどを挙げることができる。

〔作用〕

本発明者らは高い飽和磁束密度をもちながら比透磁率の低い、高周波スパッタリング法あるいはマグネトロンスパッタリング法で形成した磁性体膜を詳細に検討した。この結果、これらの方法で形成された磁性体膜の結晶粒がいずれも柱状結晶となっており、その柱状結晶粒の柱状径（以下結晶粒径と呼ぶ）が50nm以上と大きいことが明らかになった。一般に、比透磁率は経験的に磁性体膜の結晶粒径が大きくなると減少することがわかっているため、結晶粒径の小さい磁性体膜を形成することが必要である。本発明者らの詳細な検討の結果、これらの方法において、結晶粒径が大きく成長している理由は基板がスパッタリング時にプラズマにさらされることに基づく基板温度の上昇によることが明らかになった。例えば、高周波スパッタリング法において、高周波電力を400Wにした場合、基板ホルダを水冷したにもかかわらず、

らず、スパッタ開始後時間の経過とともに基板温度が上昇し、1時間後には基板温度が250℃に達した。この基板温度の測定は基板ホルダにあけた孔に固定した熱電対によって行なったものであり、基板表面の温度はこれより高く、300℃以上に上昇していることが予想される。

基板温度の上昇を生じないためには基板がプラズマにさらされない膜形成法が好ましい。これには真空蒸着法やイオンビームスパッタリング法が挙げられる。本発明者らは特にイオンビームスパッタリング法を中心に用いて磁性体膜の形成を検討した。この結果、室温で形成した磁性体膜は結晶粒径の小さい（約50nm以下）柱状結晶粒からなるにもかかわらず、歪が大きく、その比透磁率が1000に達しないことが明らかになった。また、一方、基板温度を上昇し磁性体膜の歪を減少させようとする、上述したプラズマによる温度上昇と同じ結果になり、高比透磁率の磁性体膜は得られなかった。

本発明者らはさらに詳しい検討を行なった結果、

基板温度を約100℃以下の低温に保ち、磁性体膜をイオン照射しながら膜形成を行なう方法によって、熱エネルギーではなく、イオンのエネルギーを加える方法により、適度に歪の減少した磁性体膜が得られることが明らかになった。この磁性体膜を膜形成後真空中もしくは不活性ガス中で酸化しないように約200～500℃に加熱すると、膜中に残された歪が解放されて、比透磁率が増加することが確認された。しかもこのような方法で形成した磁性体膜の結晶粒径はイオン照射や熱処理を加えるにもかかわらず、結晶粒径が約50nm以下に保たれていることが透過電子顕微鏡による膜断面の観察から明らかになった。

〔実施例〕

以下に、本発明の一実施例を挙げ、さらに図面を参照しながら詳細に説明する。

（実施例 1）

磁性体膜の形成はイオンビームスパッタリング法によって行なった。第1図に本実施例において用いたイオンビームスパッタリング装置の構造を

示す。図において、蒸着用イオンガン1から放射された加速イオンは回転式ターゲットホルダ3の1つのターゲット材4をスパッタリングし、スパッタリングされたターゲット粒子は基板6上に堆積されることにより磁性体膜が形成される。このとき、基板照射用イオンガン2を用いて基板6をイオン照射することにより磁性体膜の歪を減少させることができた。

高飽和磁束密度、高比透磁率をもつ磁性体膜を形成するための好ましいイオンビームスパッタリング条件は次のとおりであった。まず、純鉄膜について示す。

ターゲット …… Fe(純度99.9%)

蒸着用イオンガン加速電圧 …… 1100 V

蒸着用イオンガンイオン電流密度

…… 0.9 mA/cm²

基板照射用イオンガン加速電圧 …… 100～800 V

基板照射用イオンガンイオン電流密度

…… 0.05～0.30 mA/cm²

Ar ガス圧

…… 1.4×10^{-4} Torr

基板温度 30℃

この条件で得られた純鉄膜の磁気特性は従来の高周波スパッタリング法などで得られた飽和磁束密度の20~22kGとほぼ同等の21.5kGであった。また比透磁率は従来の300~500より少し高い500~600の値を示した。

以上の純鉄膜をArガス中で加熱し、磁気特性の熱処理温度依存性を検討した。第2図に磁気特性(飽和磁束密度(kG)と比透磁率)と熱処理温度の関係を示す。図において、Aは膜形成時のイオン照射がイオン電力密度20mW/cm²の試料、Bは同じく70mW/cm²の試料について示した。両試料とも熱処理温度が200~500℃の間で膜形成直後の比透磁率500~600より高い値を示した。なお、飽和磁束密度の方は熱処理によってほとんど変化を示さなかった。また、その磁性体膜の結晶粒径は両試料とも約50nm以下であった。

以上の純鉄膜の検討において、膜形成時の基板照射電力密度が10mW/cm²以下の試料は熱処理温度が100℃程度と低くても歪が解放され、比透磁

率の上昇が観測されるが、熱処理温度が500℃を超えると結晶粒が異常に成長し、逆に比透磁率が500以下に下がる現象が見られた。すなわち、イオン照射の電力密度が10mW/cm²未満と低い場合は熱安定性が悪く、磁気ヘッドを製造するためのプロセスに適さないことが確認された。一方、イオン電力密度が100mW/cm²を超えると基板温度が低いにもかかわらず、膜形成時に結晶粒の成長が生じ、膜形成直後の比透磁率が300以下、熱処理を行なっても1000に達することはなかった。以上の検討結果から、イオン電力密度は約10~100mW/cm²、熱処理温度は約200~500℃が望ましい磁性体膜の製造条件と言える。なお、膜形成時の基板温度は約100℃以下に保たれていれば結晶粒の成長はほとんど生じず、結晶粒径が約50nm以下に保たれることが確認された。基板温度は100℃以下であればいくら低くても良いが、実際の作業上、液体窒素で冷却できる温度までが望ましい範囲であろう。

(実施例 2)

実施例1において、ターゲット材をFe-6wt%Siなど第1表に示す材料に変えて実施例1と同様の条件で検討を行なった。その結果を第1表に示す。表から明らかなように、純鉄以外の材料においても、イオン照射と熱処理を行なうことによって、実施例1と同様に比透磁率の高い磁性体膜が得られることが確認された。

第 1 表

材 料	基板温度 (℃)	イオン電力 密度(mW/cm ²)	熱処理温 度(℃)	飽和磁束密 度(kG)	比透磁率
Fe- 6wt%Si	20	70	400	19.3	1330
	35	70	340	18.5	1280
	50	50	370	18.7	1420
	70	40	290	19.5	1250
	90	30	420	18.8	1300
Fe- 7wt%Ge	20	65	380	18.2	1220
	30	60	430	18.7	1430
	30	50	260	18.1	1370
	50	40	300	19.3	1290
	70	30	270	18.6	1250

材 料	基板温度 (℃)	イオン電力 密度(mW/cm ²)	熱処理温 度(℃)	飽和磁束密 度(kG)	比透磁率
Fe- 5wt%C	30	50	350	21.5	1450
	50	40	280	21.3	1530
	70	40	300	21.7	1430
Fe- 5wt%Ti	30	40	300	17.4	1400
	50	40	350	18.3	1360
	70	30	400	17.5	1390

(実施例 3)

実施例1において、回転式ターゲットホルダの一つにFe-6wt%Siターゲット、他の一つにNi-19wt%Feターゲットを置き、ターゲットホルダを回転させることにより、積層構造の多層磁性体膜を形成した。すなわち、主磁性体膜として、Fe-6wt%Si膜を100nm蒸着した後、Ni-19wt%Fe膜を中間層として5nm蒸着することをくり返し、9層からなる多層磁性体膜を形成した。この膜を300℃で熱処理した結果、飽和磁束密度18.5kG、比透磁率2400の値を示すことが

確認された。

この結果、本発明の方法が多層磁性体膜を形成する場合にも有効であることを示す。この多層磁性体膜を垂直磁気記録用磁気ヘッドの主磁極に用いた磁気ヘッドは従来の磁気ヘッドの記録密度70 k B P I (キロビット/インチ)を上まわる100 k B P I以上の記録密度を与えた。

上記の本実施例においては、磁性体膜として純鉄、Fe-Si、Fe-Ge、Fe-C、Fe-Ti、Ni-Feの場合について述べたが、この他にCo、Ni、Co-Si、Co-Ge、Co-C、Co-Ti、Co-Ni、Co-Fe、Ni-Si、Ni-Ge、Ni-C、Ni-Tiなどを用いた場合においても本発明の実施例と同様の効果があることを確認している。

〔発明の効果〕

以上詳細に説明したごとく、イオン照射を行ないながら物理蒸着法によって膜を形成し、かつ加熱処理により歪を除去した磁気ヘッドの磁極用の磁性体膜は、約15kG以上の高飽和磁束密度を示

し、かつ約1000以上の高比透磁率を有する磁性体膜を得ることができる。したがって本発明による磁性体膜を、例えば垂直磁気記録用の磁気ヘッドの主磁極として用いた場合には、0.2 μ m程度の薄膜にしても磁気飽和を起こすことなく、磁極の先端に強い磁束を発生させることができ、超高密度磁気記録を達成することができる。

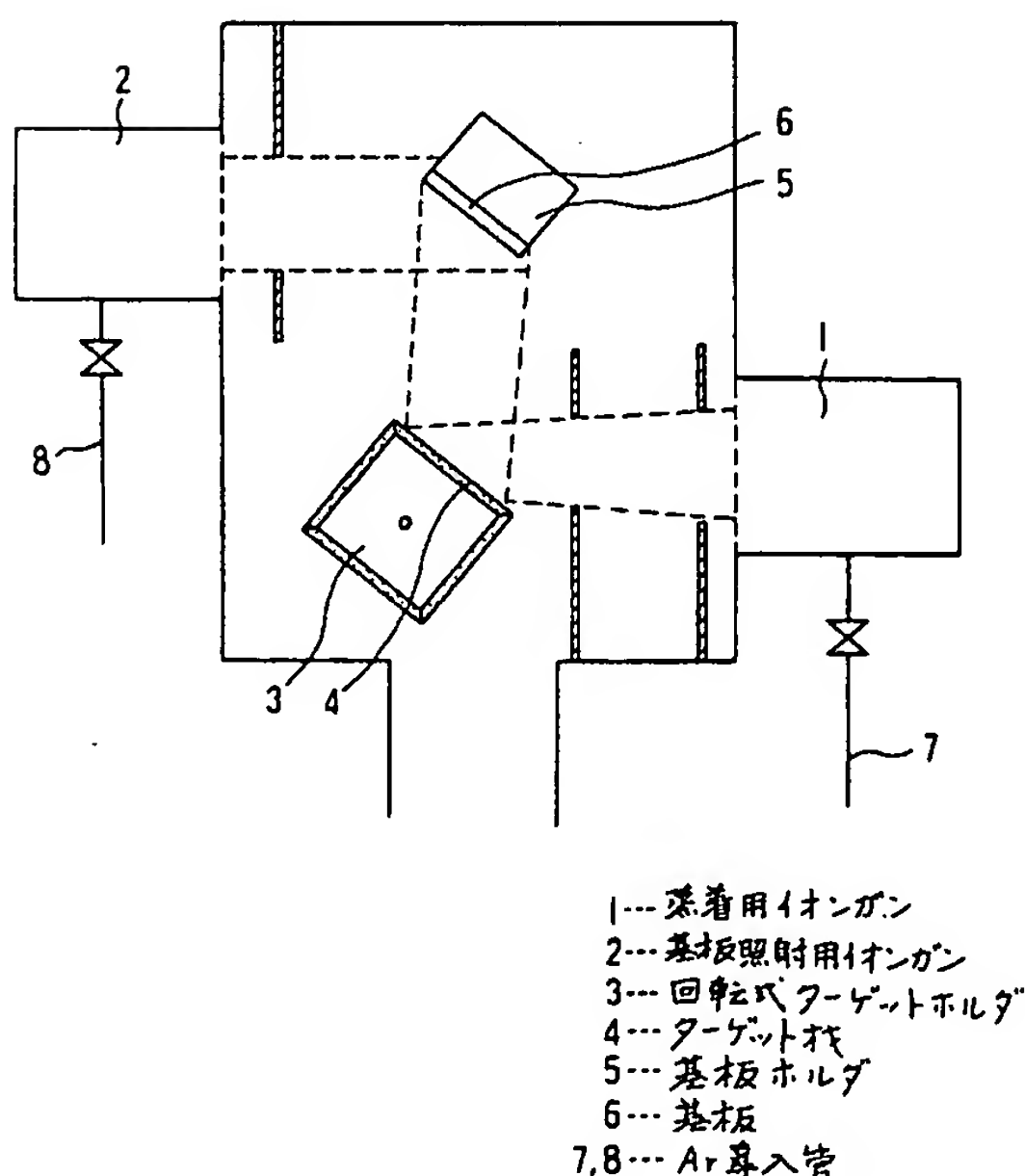
4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明の実施例において用いたイオンビームスパッタリング装置の構造を示す模式図、第2図は磁性体膜の磁気特性と熱処理温度との関係を示すグラフである。

- 1…蒸着用イオンガン
- 2…基板照射用イオンガン
- 3…回転式ターゲットホルダ
- 4…ターゲット材
- 5…基板ホルダ
- 6…基板
- 7、8…Ar導入管

代理人 弁理士 中村 純之助

第1図



第2図

